ICS 77.120.10
H 12

中华人民共和国国家标准

GB/T 4949—2007
代替 GB/T 4949—1985

铝-锌-铟系合金牺牲阳极化学分析方法

Chemical analysis methods for sacrificial anodes of Al-Zn-In system alloy

2007-02-09 发布　　2007-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

目　　次

前言 …… I
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　总则 …… 1
4　锌量的测定 …… 1
5　镁量的测定 …… 5
6　镉量的测定 …… 8
7　铟量的测定 …… 10
8　锡量的测定 …… 13
9　铅量的测定 …… 16
10　硅量的测定——草酸铵-硫酸亚铁铵硅钼蓝光度法 …… 18
11　铁量的测定 …… 20
12　铜量的测定 …… 22
13　钛量的测定——二安替吡啉甲烷分光光度法 …… 25
14　试验报告 …… 26

前　言

本标准是代替 GB/T 4949—1985(铝-锌-铟系合金牺牲阳极化学分析方法)。本标准与 GB/T 4949—1985 相比,主要变化如下:

——将每个元素的测定次数修改为独立测定两次,取其平均值;

——增加了对重要仪器的性能要求;

——修改了试剂和溶液的名称、单位的表示方法,元素含量的表示方法;

——将原子吸收光度法改为原子吸收光谱法;

——将火焰原子吸收光谱法测定铁量中试样溶液定容的体积由 100 mL 改为 500 mL;

——将 EDTA 滴定法测定 Zn 的测定范围上限扩展到 8%;

——将 EDTA 滴定法中标定 EDTA 溶液对锌的滴定度改为标定 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度;

——增加了 Ti 的测定方法,测定范围为 0.005%～0.1%。

本标准由中国船舶重工集团公司提出。

本标准由全国海洋船标准化技术委员会船用材料应用工艺分技术委员会归口。

本标准起草单位:中国船舶重工集团公司第七二五研究所。

本标准主要起草人:王红锋、蔺存国、仝晓红、高霞。

本标准所代替的历次版本发布情况为:

——GB/T 4949—1985。

铝-锌-铟系合金牺牲阳极化学分析方法

1 范围

本标准规定了铝-锌-铟系合金牺牲阳极中锌、镁、镉、铟、锡、铅、硅、铁、铜、钛含量的测定方法。

本标准适用于铝-锌-铟系合金牺牲阳极中锌、镁、镉、铟、锡、铅、硅、铁、铜、钛的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

元素	锌	镁	镉	铟	锡	铅	硅	铁	铜	钛
测定范围 %	方法一：1.00～8.00	0.500～4.00	0.005～0.030	0.010～0.050	0.010～0.050	0.001～0.010	0.020～0.200	0.020～0.200	0.001～0.020	0.005～0.100
	方法二、三：1.00～5.00									

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 4948 铝-锌-铟系合金牺牲阳极

3 总则

3.1 当某元素有两个以上测定方法时，方法一适用于仲裁分析。

3.2 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.3 按照GB/T 4948的规定钻取或刨取试样，试样的厚度不宜大于1 mm。

3.4 每个元素测定时，应做两份试料的平行测定。

4 锌量的测定

4.1 方法一 EDTA滴定法

4.1.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，在盐酸介质中，锌(Ⅱ)与硫氰酸盐络合后被4-甲基-戊酮-2所定量萃取，用六次甲基四胺缓冲溶液返萃取使锌(Ⅱ)进入水相，用EDTA标准滴定溶液滴定锌。

4.1.2 试剂

4.1.2.1 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

4.1.2.2 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

4.1.2.3 4-甲基-戊酮-2。

4.1.2.4 盐酸(1+1)。

4.1.2.5 硫脲溶液(20 g/L)。

4.1.2.6 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。

4.1.2.7 氟化铵溶液(50g /L)，贮于塑料瓶中。

4.1.2.8 洗液：取50 mL硫氰酸铵溶液(4.1.2.6)，加入10 mL盐酸(4.1.2.1)，用水稀释至500 mL，

混匀。

4.1.2.9 缓冲溶液(pH5.8):称取 100 g 六次甲基四胺,溶于水后移入 500 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.1.2.1),用水稀释至刻度,混匀。

4.1.2.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液。

4.1.2.10.1 制备:称取 3.72 g EDTA,溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.1.2.10.2 标定:移取 15.00 mL 锌标准溶液(4.1.2.11)于 250 mL 锥形瓶中,加入约 30 mL 水及 20 mL缓冲溶液(4.1.2.9),以下按 4.1.3.2.6 操作。

4.1.2.10.3 按式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_1}{V_2} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0——锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1——移取锌标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2——滴定锌标准溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.1.2.11 锌标准溶液(0.015 mol/L):称取 0.490 3 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(4.1.2.1),加热溶解完全后,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.1.2.12 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试料

称取 1 g 试样,精确至 0.1 mg。

4.1.3.2 测定

4.1.3.2.1 将试料(4.1.3.1)置于 200 mL 锥形瓶中,缓缓加入 20 mL 盐酸(4.1.2.4),待反应缓慢时,加热,滴加约 1 mL 过氧化氢(4.1.2.2),加热溶解完全后,煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.1.3.2.2 移取 20.00 mL 试液(4.1.3.2.1)于 250 mL 分液漏斗中,依次加入 5 mL 硫脲溶液(4.1.2.5)、50 mL 水、10 mL 硫氰酸铵溶液(4.1.2.6),摇匀,加入 20 mL 4-甲基-戊酮-2(4.1.2.3),振摇 2 min,静置分层后,弃去水相。

4.1.3.2.3 于有机相中加入 15 mL 洗液(4.1.2.8)及 5 mL 氟化铵溶液(4.1.2.7),振摇 1 min,静置分层后,弃去水相。重复一次。

4.1.3.2.4 于有机相中加入 20 mL 缓冲溶液(4.1.2.9)及 50 mL 水,振摇 1 min,静置分层后,将水相放入 250 mL 锥形瓶中。

4.1.3.2.5 于有机相中加入 15 mL 缓冲溶液(4.1.2.9)及 20 mL 水,振摇 1 min,静置分层后,水相并入 250 mL 锥形瓶中。重复一次。

4.1.3.2.6 于锥形瓶溶液中(4.1.3.2.5)加入 1～2 滴二甲酚橙溶液(4.1.2.12),用 EDTA 标准滴定溶液(4.1.2.10)滴定至试液颜色由紫红色转为纯黄色为终点。记下消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积。

4.1.3.3 分析结果计算

按式(2)计算锌的质量分数 $w(Zn)$,数值以%表示:

$$w(Zn) = \frac{c \times V \times 65.39}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V——滴定时所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_1——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)；

65.39——锌的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

计算结果表示到小数点后两位。

4.2 方法二 方波极谱法

4.2.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，在氨性氯化铵溶液中，锌离子产生良好的还原波，大量的铝以柠檬酸盐络合，用方波极谱法测定锌含量。

4.2.2 试剂

4.2.2.1 氯化铵。

4.2.2.2 柠檬酸钠。

4.2.2.3 无水亚硫酸钠。

4.2.2.4 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

4.2.2.5 氨水(ρ0.90 g/mL)。

4.2.2.6 盐酸(1+1)。

4.2.2.7 明胶溶液(1 g/L)。

4.2.2.8 锌标准溶液：称取 0.500 0 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(4.2.2.6)，加热溶解完全后，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL 含 1 mg 锌。

4.2.2.9 甲基红乙醇溶液(1 g/L)。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 试料

称取 0.1 g 试样，精确至 0.1 mg。

4.2.3.2 测定

4.2.3.2.1 将试料(4.2.3.1)置于 150 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 盐酸(4.2.2.6)，待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢(4.2.2.4)，加热溶解完全后，煮沸使过量过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，加入 5 g 氯化铵(4.2.2.1)及 3 g 柠檬酸钠(4.2.2.2)，加 1 滴甲基红乙醇溶液(4.2.2.9)，用氨水(4.2.2.5)中和至红色消失并过量 5 mL，加 1 g 无水亚硫酸钠(4.2.2.3)及 1 mL 明胶溶液(4.2.2.7)，用水稀释至刻度，混匀。

4.2.3.2.2 取部分试液(4.2.3.2.1)于极谱电解杯中，以滴汞电极为阴极，甘汞电极为参比电极，在 −1.1 V～−1.7 V 之间，锌半波电位为−1.33 V，选择适宜的仪器参数，记录锌的方波极谱图。

4.2.3.2.3 从 4.2.3.3 中的工作曲线上查出相应的锌量。

4.2.3.3 工作曲线的绘制

称取 0.1 g 与试样化学成分大致相近的铝合金标样(不含锌)6 份，分别置于 6 个 150 mL 锥形瓶中，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锌标准溶液(4.2.2.8)，以下按 4.2.3.2.1～4.2.3.2.2 操作。分别扣除不加锌标准溶液的试液的波高，以锌量为横坐标、波高为纵坐标，绘制工作曲线。

4.2.3.4 分析结果计算

按式(3)计算锌的质量分数 w(Zn)，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Zn}) = \frac{m_1}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的锌量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

4.3 方法三 火焰原子吸收光谱法

4.3.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰进行锌量测定。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

4.3.2.2 盐酸(1+1)。

4.3.2.3 锌标准溶液：称取 0.500 0 g 纯锌(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸(4.3.2.2)，加热溶解完全后，冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含1 mg 锌。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 原子吸收光谱仪，附锌空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。

4.3.3.2 仪器的检出限：火焰法测定铜的检出限应不大于 0.02 μg/mL。

仪器的精密度：火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

4.3.3.3 工作曲线特性：将工作曲线按浓度等分成 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试料

称取 0.1 g 试样，精确至 0.1 mg。

4.3.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.3.4.3 测定

4.3.4.3.1 将试料(4.3.4.1)置于 150 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 盐酸(4.3.2.2)，加热，待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢(4.3.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.3.4.3.2 移取 10.00 mL 试液(4.3.4.3.1)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.3.4.3.3 将试液(4.3.4.3.2)于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调节零点，测量试液的吸光度。

4.3.4.3.4 从 4.3.4.4 中的工作曲线上查出相应的锌量。

4.3.4.4 工作曲线的绘制

称取 0.1 g 铝合金标样(不含锌)6 份，分别置于 6 个 150 mL 锥形瓶中，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锌标准溶液(4.3.2.3)，以下按 4.3.4.3.1～4.3.4.3.3 操作。分别扣除不加锌标准溶液的试液的吸光度，以锌量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.3.5 分析结果计算

按式(4)计算锌的质量分数 $w(Zn)$，数值以%表示：

$$w(Zn)=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的锌量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的锌量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

4.4 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 允许差

锌质量分数/%	允许差/%
1.00～2.00	0.04
>2.00～3.00	0.08
>3.00～5.00	0.12
>5.00～8.00	0.15

5 镁量的测定

5.1 方法一 火焰原子吸收光谱法

5.1.1 原理

试料用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收光谱仪波长285.2 nm处，用空气-乙炔贫燃性火焰进行镁量测定。

5.1.2 试剂

5.1.2.1 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

5.1.2.2 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

5.1.2.3 盐酸(1+1)。

5.1.2.4 氯化锶溶液：称取76 g氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶于400 mL水中，用水稀释至500 mL，混匀。

5.1.2.5 镁标准溶液：称取0.500 0 g纯镁(纯度不低于99.99%)于250 mL烧杯中，加入约20 mL水，缓缓加入15 mL盐酸(5.1.2.3)溶解完全后，冷却至室温，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg镁。

5.1.3 仪器

5.1.3.1 原子吸收光谱仪，附镁空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。

5.1.3.2 仪器的检出限：火焰法测定铜的检出限应不大于0.02 μg/mL。

仪器的精密度：火焰法测定铜的精密度应不大于1.5%。

5.1.3.3 工作曲线特性：将工作曲线按浓度等分成5段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试料

称取0.1 g试样，精确至0.1 mg。

5.1.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.1.4.3 测定

5.1.4.3.1 将试料(5.1.4.1)置于200 mL锥形瓶中，加入10 mL盐酸(5.1.2.3)，加热，待反应缓慢时加几滴过氧化氢(5.1.2.2)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.1.4.3.2 移取5.00 mL试液(5.1.4.3.1)于250 mL容量瓶中，加入5 mL氯化锶溶液(5.1.2.4)，用水稀释至刻度，混匀。

5.1.4.3.3 将试液(5.1.4.3.2)于原子吸收光谱仪波长 285.2 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调节零点,测量试液的吸光度。

5.1.4.3.4 从 5.1.4.4 中的工作曲线上查出相应的镁量。

5.1.4.4 工作曲线的绘制

称取 0.1 g 与试样化学成分大致相近的铝合金标样(不含镁)7 份,分别置于 7 个 200 mL 锥形瓶中,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 镁标准溶液(5.1.2.5),以下按 5.1.4.3.1～5.1.4.3.3 操作。扣除不加镁标准溶液的试液的吸光度,以镁量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.1.5 分析结果计算

按式(5)计算镁的质量分数 $w(Mg)$,数值以%表示:

$$w(Mg)=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的镁量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的镁量,单位为毫克(mg);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

当镁的质量分数≤1.00%时,计算结果表示到小数点后 3 位;当镁的质量分数>1.00%时,计算结果表示到小数点后两位。

5.2 方法二 EDTA 滴定法

5.2.1 原理

试料用氢氧化钠溶解,使镁与锌及大量的铝分离。在 pH6～pH7 的酸度条件下用二乙基二硫代氨基甲酸钠(以下简称为 DDTC)沉淀分离铜、铁、锡等共存元素后即可进行 EDTA 滴定。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 氢氧化钠(固体)。

5.2.2.2 无水碳酸钠(固体)。

5.2.2.3 氯化铵(固体)。

5.2.2.4 氯化钠(固体)。

5.2.2.5 DDTC(固体)。

5.2.2.6 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

5.2.2.7 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

5.2.2.8 氨水(ρ0.90 g/mL)。

5.2.2.9 盐酸(1+1)。

5.2.2.10 氨水(1+1)。

5.2.2.11 三乙醇胺(1+2)。

5.2.2.12 缓冲溶液(pH10):称取 67 g 氯化铵(5.2.2.3),溶于水中,加入 570 mL 氨水(5.2.2.8),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.2.2.13 碳酸钠溶液(5 g/L)。

5.2.2.14 EDTA 标准滴定溶液。

5.2.2.14.1 制备:称取 3.72 g EDTA,溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.2.2.14.2 标定:移取 10.00 mL 镁标准溶液(5.2.2.15)于 250 mL 锥形瓶中,加水约 50 mL 及一小片刚果红试纸,用氨水(5.2.2.10)中和至试纸呈红色,加入 10 mL 缓冲溶液(5.2.2.12)及适量的铬黑 T 指示剂(5.2.2.16),摇匀。用 EDTA 标准滴定溶液(5.2.2.14.1)滴定至溶液颜色由紫红色转为纯蓝色为终点。

5.2.2.14.3 按式(6)计算 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{c_0 \times V_1}{V_2} \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中：

c——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

c_0——镁标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1——移取镁标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——滴定镁标准溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

5.2.2.15 镁标准溶液(0.02 mol/L)：称取 0.240 0 g 纯镁(纯度不低于 99.99%)于 250 mL 烧杯中，加入约 20 mL 水，缓缓加入 15 mL 盐酸(5.2.2.6)，溶解完全后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.2.2.16 铬黑 T 指示剂(10 g/L)：称取 1 g 铬黑 T 和 99 g 干燥的氯化钠(5.2.2.4)于玛瑙(或玻璃)研钵中磨细，混匀后保存于棕色瓶中备用。

5.2.3 **分析步骤**

5.2.3.1 **试料**

称取 1 g 试样，精确至 0.1 mg。

5.2.3.2 **测定**

5.2.3.2.1 将试料(5.2.3.1)置于 400 mL 烧杯中，加 6 g 氢氧化钠(5.2.2.1)及 20 mL 水，待反应缓慢后，加热，滴加约 1 mL 过氧化氢(5.2.2.7)使试料溶解完全，加水约 150 mL 及 2 g 无水碳酸钠(5.2.2.2)，煮沸，稍放置后用致密滤纸过滤，用热碳酸钠溶液(5.2.2.13)洗涤 4 次～6 次，弃去滤液。

5.2.3.2.2 用温热的 10 mL 盐酸(5.2.2.9)及少量过氧化氢(5.2.2.7)从滤纸上将沉淀溶解于原烧杯中，用热水洗净滤纸。用氨水(5.2.2.10)将溶液中和至刚果红试纸呈红色，移入 200 mL 容量瓶中，加入 1 gDDTC(5.2.2.5)，充分摇动后用水稀释至刻度，混匀。放置 5 min～10 min，将溶液用中速定量滤纸干过滤于烧杯中。

5.2.3.2.3 移取 50.00 mL 过滤后的试液(5.2.3.2.2)于 250 mL 锥形瓶中，依次加入 50 mL 水、5 mL 三乙醇胺(5.2.2.11)、10 mL 缓冲溶液(5.2.2.12)及适量的铬黑 T 指示剂(5.2.2.16)，摇匀后用EDTA 标准滴定溶液(5.2.2.14)滴定至试液颜色由紫红色转为纯蓝色为终点。记下消耗 EDTA 标准滴定溶液的毫升数。

5.2.4 **分析结果计算**

按式(7)计算镁的质量分数 $w(\mathrm{Mg})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Mg}) = \frac{c \times V \times 24.305}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(7)$$

式中：

c——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V——滴定时所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_1——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)；

24.305——镁的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

当镁的质量分数≤1.00%时，计算结果表示到小数点后 3 位；当镁的质量分数>1.00%时，计算结果表示到小数点后两位。

5.3 **允许差**

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 允许差

镁质量分数/%	允许差/%
0.500～1.00	0.020
>1.00～2.00	0.05
>2.00～4.00	0.10

6 镉量的测定

6.1 方法一 火焰原子吸收光谱法

6.1.1 原理

试料用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰进行镉量测定。

6.1.2 试剂

6.1.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

6.1.2.2 盐酸(1+1)。

6.1.2.3 镉标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯镉(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入 25 mL 盐酸(6.1.2.2)及几滴过氧化氢(6.1.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镉。

6.1.2.4 镉标准溶液：移取 10.00 mL 镉标准储存溶液(6.1.2.3)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 镉。

6.1.3 仪器

6.1.3.1 原子吸收光谱仪，附镉空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。

6.1.3.2 仪器的检出限：火焰法测定铜的检出限应不大于 0.02 μg/mL。

仪器的精密度：火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

6.1.3.3 工作曲线特性：将工作曲线按浓度等分成 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

6.1.4 分析步骤

6.1.4.1 试料

称取 0.5 g 试样，精确至 0.1 mg。

6.1.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.1.4.3 测定

6.1.4.3.1 将试料(6.1.4.1)置于 200 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸(6.1.2.2)，加热，待作用缓慢时滴加几滴过氧化氢(6.1.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.1.4.3.2 将试液(6.1.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调节零点，测量试液的吸光度。

6.1.4.3.3 从 6.1.4.4 中的工作曲线上查出相应的镉量。

6.1.4.4 工作曲线的绘制

称取 0.500 0 g 试样 6 份，分别置于 6 个 200 mL 烧杯中，依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL 镉标准溶液(6.1.2.4)，以下按 6.1.4.3.1～6.1.4.3.2 操作。扣除不加镉标准溶液的试液的吸光度，以镉量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.1.5 分析结果计算

按式(8)计算镉的质量分数 $w(Cd)$，数值以%表示：

$$w(Cd) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(8)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的镉量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的镉量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

当镉的质量分数≤0.010%时，计算结果表示到小数点后4位；当镉的质量分数>0.010%时，计算结果表示到小数点后3位。

6.2 方法二 方波极谱法

6.2.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，在5 mol/L氢溴酸介质中用乙酸丁酯萃取铟，使铟与镉分离，在2 mol/L盐酸底液中，镉有良好的还原波，用方波极谱法测定镉含量。

6.2.2 试剂

6.2.2.1 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

6.2.2.2 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

6.2.2.3 乙酸丁酯。

6.2.2.4 高氯酸(ρ1.54 g/mL)。

6.2.2.5 盐酸(1+1)。

6.2.2.6 氢溴酸(5+4)。

6.2.2.7 硫代硫酸钠溶液(20 g/L)，使用时现配。

6.2.2.8 盐酸(1+5)。

6.2.2.9 镉标准储存溶液：称取0.500 0 g纯镉(纯度不低于99.99%)于200 mL烧杯中，加入25 mL盐酸(6.2.2.5)及几滴过氧化氢(6.2.2.2)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镉。

6.2.2.10 镉标准溶液：移取10.00 mL镉标准储存溶液(6.2.2.9)于200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.05 mg镉。

6.2.3 分析步骤

6.2.3.1 试料

称取0.5 g试样，精确至0.1 mg。

6.2.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.2.3.3 测定

6.2.3.3.1 将试料(6.2.3.1)置于200 mL烧杯中，加入15 mL盐酸(6.2.2.5)，加热，待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢(6.2.2.2)，使试料溶解完全后，低温加热蒸发至近干。加入5 mL氢溴酸(6.2.2.6)，低温加热蒸发至近干(重复3次)。加入10 mL氢溴酸(6.2.2.6)溶解盐类，取下，稍冷后在不断搅拌下缓慢滴加硫代硫酸钠溶液(6.2.2.7)还原至溶液呈淡黄色。

6.2.3.3.2 将试液(6.2.3.3.1)移于125 mL分液漏斗中，用10 mL氢溴酸(6.2.2.6)分数次洗涤烧杯，洗液并入分液漏斗中。加入15 mL乙酸丁酯(6.2.2.3)，振摇1 min～2 min，静置分层后将水相放入50 mL容量瓶中，有机相用氢溴酸(6.2.2.6)洗涤三次(每次3 mL～5 mL)。水相合并于50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.2.3.3.3 移取10 mL试液(6.2.3.3.2)于100 mL烧杯中，低温加热蒸发至近干，稍冷后加5滴硫酸

(6.2.2.1)及2滴～3滴高氯酸(6.2.2.4)，加热至浓棕色泡沫出现，冷却，加入10 mL盐酸(6.2.2.8)溶解盐类后移入50 mL容量瓶中，用盐酸(6.2.2.8)洗杯壁几次，洗液并入容量瓶中并用盐酸(6.2.2.8)稀释至刻度，混匀。取部分此溶液于极谱电解杯中，通氮气除氧5 min，以滴汞电极为阴极，沾汞银片电极为阳极，在－0.4 V～－0.8 V之间，镉的峰电位为－0.66 V，选择适宜的仪器参数，记录镉的方波极谱图。

6.2.3.3.4 从6.2.3.4中的工作曲线上查出相应的镉量。

6.2.3.4 **工作曲线的绘制**

称取0.500 0 g试样6份，分别置于6个200 mL烧杯中，依次加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL镉标准溶液(6.2.2.10)，以下按6.2.3.3.1～6.2.3.3.3操作。扣除不加镉标准溶液的试液的波高，以镉量为横坐标、波高为纵坐标，绘制工作曲线。

6.2.4 **分析结果计算**

按式(9)计算镉的质量分数$w(Cd)$，数值以%表示：

$$w(Cd)=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的镉量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的镉量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到：镉的质量分数≤0.010%时，小数点后4位；镉的质量分数>0.010%时，小数点后3位。

6.3 **允许差**

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4 允许差

镉质量分数/%	允许差/%
0.005 0～0.010 0	0.000 8
>0.010～0.030	0.001

7 铟量的测定

7.1 方法一 火焰原子吸收光谱法

7.1.1 **原理**

试料用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收光谱仪波长303.9 nm处，用空气-乙炔贫燃性火焰进行铟量测定。

7.1.2 **试剂**

7.1.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

7.1.2.2 盐酸(1+1)。

7.1.2.3 铟标准储存溶液：称取0.500 0 g纯铟(纯度不低于99.99%)于200 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(7.1.2.2)及几滴过氧化氢(7.1.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，加入100 mL盐酸(7.1.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铟。

7.1.2.4 铟标准溶液：移取10.00 mL铟标准储存溶液(7.1.2.3)于100 mL容量瓶中，加入20 mL盐酸(7.1.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.1 mg铟。

7.1.3 **仪器**

7.1.3.1 原子吸收光谱仪，附铟空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。

7.1.3.2 仪器的检出限：火焰法测定铜的检出限应不大于 0.02 μg/mL。

仪器的精密度：火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

7.1.3.3 工作曲线特性：将工作曲线按浓度等分成 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

7.1.4 分析步骤

7.1.4.1 试料

称取 0.5 g 试样，精确至 0.1 mg。

7.1.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.1.4.3 测定

7.1.4.3.1 将试料(7.1.4.1)置于 200 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸(7.1.2.2)，加热，待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢(7.1.2.1)，使试料溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.1.4.3.2 将试液(7.1.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 303.9 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调节零点，测量试液的吸光度。

7.1.4.3.3 从 7.1.4.4 中的工作曲线上查出相应的铟量。

7.1.4.4 工作曲线的绘制

称取 0.500 0 g 试样 6 份，分别置于 6 个 200 mL 烧杯中，依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铟标准溶液(7.1.2.4)，以下按 7.1.4.3.1～7.1.4.3.2 操作。扣除不加铟标准溶液的试液的吸光度，以铟量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7.1.5 分析结果计算

按式(10)计算铟的质量分数 $w(\mathrm{In})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{In}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(10)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的铟量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铟量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 3 位。

7.2 方法二 方波极谱法

7.2.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，在 3 mol/L 盐酸溶液中，铟离子产生良好的还原波，用方波极谱法测定铟含量。

7.2.2 试剂

7.2.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

7.2.2.2 乙酸丁酯。

7.2.2.3 盐酸(1+1)。

7.2.2.4 氢溴酸(5+4)。

7.2.2.5 硫代硫酸钠溶液(20 g/L)，使用时现配。

7.2.2.6 盐酸(1+3)。

7.2.2.7 铟标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯铟(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸(7.2.2.3)及几滴过氧化氢(7.2.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，加入 100 mL 盐酸(7.2.2.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铟。

7.2.2.8 铟标准溶液：移取 10.00 mL 铟标准储存溶液(7.2.2.7)于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 盐酸(7.2.2.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铟。

7.2.3 分析步骤

7.2.3.1 试料

称取 0.5 g 试样，精确至 0.1 mg。

7.2.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.2.3.3 测定

7.2.3.3.1 将试料(7.2.3.1)置于 200 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸(7.2.2.3)，加热，待反应缓慢时，加入几滴过氧化氢(7.2.2.1)，使试料溶解完全后，低温加热蒸发至近干，冷却。

对于铝-锌-铟-镉合金牺牲阳极试样，以下按 7.2.3.3.2～7.2.3.3.6 操作；对于铝-锌-铟-硅合金牺牲阳极、铝-锌-铟-锡和铝-锌-铟-锡-镁合金牺牲阳极试样，以下按 7.2.3.3.6 操作。

7.2.3.3.2 加入 5 mL 氢溴酸(7.2.2.4)，低温加热蒸发至近干(重复 3 次)。加入 10 mL 氢溴酸(7.2.2.4)溶解盐类，取下，稍冷后在不断搅拌下缓慢滴加硫代硫酸钠溶液(7.2.2.5)还原至溶液呈淡黄色。

7.2.3.3.3 将试液(7.2.3.3.2)移于 125 mL 分液漏斗中，用 10 mL 氢溴酸(7.2.2.4)分数次洗涤烧杯，洗液并入分液漏斗中。加入 15 mL 乙酸丁酯(7.2.2.2)，振摇 1 min～2 min，静置分层后弃去水相，有机相用氢溴酸(7.2.2.4)洗涤 3 次(每次 3 mL～5 mL)，弃去水相。

7.2.3.3.4 返萃取两次，每次向有机相加入 2 滴过氧化氢(7.2.2.1)及 10 mL 盐酸(7.2.2.3)，振摇 1 min，静置分层后水相放入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.2.3.3.5 移取 10 mL 试液(7.2.3.3.4)于 100 mL 烧杯中，低温加热蒸发至 1 mL～2 mL，冷却。

7.2.3.3.6 加入 10 mL 盐酸(7.2.2.6)，溶解盐类，移入 50 mL 容量瓶中，用盐酸(7.2.2.6)洗杯壁几次，洗液并入容量瓶中并用盐酸(7.2.2.6)稀释至刻度，混匀。取部分此溶液于极谱电解杯中，通氮气除氧 5 min，以滴汞电极为阴极，沾汞银片电极为阳极，在 −0.4 V～−0.8 V 之间，铟的峰电位为 −0.59 V，选择适宜的仪器参数，记录铟的方波极谱图。

7.2.3.3.7 从 7.2.3.4 中的工作曲线上查出相应的铟量。

7.2.3.4 工作曲线的绘制

称取 0.500 0 g 试样 6 份，分别置于 6 个 200 mL 烧杯中，依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 铟标准溶液(7.2.2.8)，对于铝-锌-铟-镉合金牺牲阳极试样，以下按 7.2.3.3.1～7.2.3.3.6 操作；对于铝-锌-铟-硅合金牺牲阳极、铝-锌-铟-锡和铝-锌-铟-锡-镁合金牺牲阳极试样，以下按 7.2.3.3.1，7.2.3.3.6 操作。扣除不加铟标准溶液的试液的波高，以铟量为横坐标、波高为纵坐标，绘制工作曲线。

7.2.4 分析结果计算

按式(11)计算铟的质量分数 $w(\mathrm{In})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{In}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(11)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的铟量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铟量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 3 位。

7.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 5 所列允许差。

表 5 允许差

铟质量分数/%	允许差/%
0.010～0.030	0.002
>0.030～0.050	0.004

8 锡量的测定

8.1 方法一 邻苯二酚紫-十六烷基三甲基溴化铵胶束增溶光度法

8.1.1 原理

试料经氢氧化钠和过氧化氢溶解后，在酒石酸存在下，用硝酸酸化，在硝酸介质中，锡(Ⅳ)与邻苯二酚紫(以下简称 PV)和十六烷基三甲基溴化铵(以下简称 CTMAB)形成三元络合物，于分光光度计 660 nm 波长处测定其吸光度。

8.1.2 试剂

8.1.2.1 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

8.1.2.2 氢氧化钠(固体，优级纯)。

8.1.2.3 脲(固体)。

8.1.2.4 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

8.1.2.5 硝酸(ρ1.40 g/mL)。

8.1.2.6 无水乙醇。

8.1.2.7 硝酸(1+1)。

8.1.2.8 硝酸(1+9)。

8.1.2.9 抗坏血酸溶液(10 g/L)，使用时配制。

8.1.2.10 PV 溶液(0.4 g/L)。

8.1.2.11 酒石酸溶液(50 g/L)。

8.1.2.12 CTMAB 溶液(1 g/L)：称取 0.10 g CTMAB 溶于 70 mL 无水乙醇(8.1.2.6)中，用水稀释至 100 mL，混匀。

8.1.2.13 PV-CTMAB 混合液：移取 100 mL PV 溶液(8.1.2.10)及 40 mL CTMAB 溶液(8.1.2.12)，混合后用水稀释至 200 mL，混匀。

8.1.2.14 锡标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯锡(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸(8.1.2.1)，盖上表面皿，室温放置，溶解完全后移入 500 mL 容量瓶中，加入 100 mL 盐酸(8.1.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1mg 锡。

8.1.2.15 锡标准溶液：移取 5.00 mL 锡标准储存溶液(8.1.2.14)于 1 000 mL 容量瓶中，用酒石酸溶液(8.1.2.11)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.005 mg 锡。

8.1.3 分析步骤

8.1.3.1 试料

称取 0.1 g 试样，精确至 0.1 mg。

8.1.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

8.1.3.3 测定

8.1.3.3.1 将试料(8.1.3.1)置于 200 mL 烧杯中，加入 3 g 氢氧化钠(8.1.2.2)及 15 mL 水，待反应缓慢后，加热并加几滴过氧化氢(8.1.2.4)使试样完全溶解，冷却后加 30 mL 酒石酸溶液(8.1.2.11)，滴加硝酸(8.1.2.5)至恰呈酸性(刚果红试纸由红变蓝)后，再加 10mL 硝酸(8.1.2.7)及少许脲(8.1.2.3)，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.1.3.3.2 移取 10.00 mL 试液(8.1.3.3.1)于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 抗坏血酸溶液(8.1.2.9)及 30 mL 水。在沸水浴上加热 3 min～5 min，取下，加入 5.00 mL PV-CTMAB 混合液(8.1.2.13)，摇匀，在流水中冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

8.1.3.3.3 取部分溶液(8.1.3.3.2)于 5 cm 比色皿中，以随同试料做空白试验的溶液为参比液，于分光光度计波长 660 nm 处测量吸光度。从 8.1.3.4 中的工作曲线上查出相应的锡量。

8.1.3.4 **工作曲线的绘制**

8.1.3.4.1 于 8 个 50 mL 容量瓶中，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锡标准溶液(8.1.2.14)及 5.0 mL、4.0 mL、3.5 mL、3.0 mL、2.5 mL、2.0 mL、1.0 mL、0.0 mL 酒石酸溶液(8.1.2.11)，各加入 5 mL 硝酸(8.1.2.8)及 1 mL 抗坏血酸溶液(8.1.2.9)，加水约 35 mL，在水浴上加热 3 min～5 min，取下，加入 5.00 mL PV-CTMAB 混合液(8.1.2.13)，摇匀，在流水中冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

8.1.3.4.2 用 5 cm 比色皿，以不加锡标准溶液的试液为参比液，于分光光度计波长 660 nm 处测量各溶液的吸光度。以锡量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

8.1.4 **分析结果计算**

按式(12)计算锡的质量分数 $w(\mathrm{Sn})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Sn}) = \frac{m_1}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(12)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的锡量，单位为毫克(mg)；

V_1——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

当锡的质量分数≤0.030%时，计算结果表示到小数点后 4 位；当锡的质量分数>0.030%时，计算结果表示到小数点后 3 位。

8.2 **方法二 方波极谱法**

8.2.1 **原理**

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，微量铅以硫酸铅状态和硫酸锶共沉淀与锡分离，在盐酸(0.5 mol/L)-氯化铵(4 mol/L)溶液中，锡离子产生良好的还原波，用方波极谱法测定锡含量。

8.2.2 **试剂**

8.2.2.1 盐酸(ρ1.19 g/mL)。

8.2.2.2 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

8.2.2.3 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

8.2.2.4 氯化铵(固体)。

8.2.2.5 盐酸(1+1)。

8.2.2.6 硫酸(1+100)。

8.2.2.7 氯化锶溶液(30 g/L)：称取 6 g 氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶于水中，稀释至 200 mL。

8.2.2.8 测锡底液：称取 215 g 氯化铵(8.2.2.4)溶解于 300 mL 水中，加入 85 mL 盐酸(8.2.2.1)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

8.2.2.9 锡标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯锡(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸(8.2.2.1)，盖上表面皿，室温放置，溶解完全后移入 500 mL 容量瓶中，加入 100 mL 盐酸(8.2.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

8.2.2.10 锡标准溶液：移取 20.00 mL 锡标准储存溶液(8.2.2.9)于 200 mL 容量瓶中，加入 50 mL 盐酸(8.2.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 锡。

8.2.3 分析步骤

8.2.3.1 试料

称取 1 g 试样，精确至 0.1 mg。

8.2.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

8.2.3.3 测定

8.2.3.3.1 将试料(8.2.3.1)置于 300 mL 烧杯中，缓缓加入 20 mL 盐酸(8.2.2.5)，待反应缓慢后，加热，滴加约 1 mL 过氧化氢(8.2.2.3)，使试样溶解完全，冷却，缓缓加入 10 mL 硫酸(8.2.2.2)，加热冒硫酸白烟，冷却后沿杯壁缓缓加入约 30 mL 水，温热溶解盐类，加水至体积约 70 mL，加热至沸，在不断搅拌下加入 5 mL 氯化锶溶液(8.2.2.7)，煮沸 2 min，低温加热 30 min，冷却至室温。

8.2.3.3.2 用致密滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中，用少量硫酸(8.2.2.6)洗杯壁及沉淀 2 次～3 次，水洗 2 次～3 次，用水稀释至刻度，混匀。

8.2.3.3.3 移取 10 mL 试液(8.2.3.3.2)于 100 mL 烧杯中，低温加热蒸发至近干，冷却，加入 10 mL 测锡底液(8.2.2.8)溶解盐类，移入 50 mL 容量瓶中，用此底液洗杯壁几次并稀释至刻度，混匀。

8.2.3.3.4 取部分试液(8.2.3.3.3)于极谱电解杯中，通氮气除氧 5 min，以滴汞电极为阴极，沾汞银片电极为阳极，在－0.3 V～－0.75 V 之间，锡的峰电位为－0.48 V，选择适宜的仪器参数，记录锡的方波极谱图。

8.2.3.3.5 从 8.2.3.4 中的工作曲线上查出相应的锡量。

8.2.3.4 工作曲线的绘制

称取 1.000 0 g 试样 6 份，分别置于 6 个 300 mL 烧杯中，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锡标准溶液(8.2.2.10)，以下按 8.2.3.3.1～8.2.3.3.4 操作，扣除不加锡标准溶液的试液的波高，以锡量为横坐标、波高为纵坐标，绘制工作曲线。

8.2.4 分析结果计算

按式(13)计算锡的质量分数 w(Sn)，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Sn}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(13)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的锡量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的锡量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

当锡的质量分数≤0.030%时，计算结果表示到小数点后 4 位；当锡的质量分数>0.030%时，计算结果表示到小数点后 3 位。

8.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 6 所列允许差。

表 6 允许差

锡质量分数/%	允许差/%
0.010 0～0.030 0	0.002 5
>0.030～0.050	0.005

9 铅量的测定

9.1 方法一 石墨炉原子吸收光谱法

9.1.1 原理

试料用硝酸溶解，于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处，用石墨炉原子化器进行铅量测定。

9.1.2 试剂

9.1.2.1 硝酸(1+2)。

9.1.2.2 铅标准储存溶液：称取 0.500 0 g 纯铅(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(9.1.2.1)，加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铅。

9.1.2.3 铅标准溶液：移取 10.00 mL 铅标准储存溶液(9.1.2.2)于 500 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(9.1.2.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 铅。

9.1.3 仪器

9.1.3.1 原子吸收光谱仪(具有火焰及石墨炉原子化器)，附铅空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。

9.1.3.2 仪器的检出限：石墨炉法测定镉的检出限应不大于 4 pg。

仪器的精密度：石墨炉法测定镉的精密度应不大于 7%。

9.1.3.3 工作曲线特性：将工作曲线按浓度等分成 5 段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

9.1.4 分析步骤

9.1.4.1 试料

称取 1 g 试样，精确至 0.1 mg。

9.1.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

9.1.4.3 测定

9.1.4.3.1 将试料(9.1.4.1)置于 200 mL 锥形瓶中，加入 20 mL 硝酸(9.1.2.1)，加热使试料溶解完全，冷却至室温，移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

9.1.4.3.2 将试液(9.1.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处，用石墨炉原子化器，测量试液的吸光度。

9.1.4.3.3 从 9.1.4.4 中的工作曲线上查出相应的铅量。

9.1.4.4 工作曲线的绘制

称取 1.000 0 g 试样 7 份，分别置于 7 个 200 mL 锥形瓶中，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铅标准溶液(9.1.2.3)，以下按 9.1.4.3.1～9.1.4.3.2 操作。扣除不加铅标准溶液的试液的吸光度，以铅量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9.1.5 分析结果计算

按式(14)计算铅的质量分数 $w(\mathrm{Pb})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Pb}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(14)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的铅量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铅量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

当铅的质量分数<0.010%时，计算结果表示到小数点后 4 位；当铅的质量分数=0.010%时，计算

结果表示到小数点后3位。

9.2 方法二 方波极谱法

9.2.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，在2 mol/L盐酸底液中，铅离子产生良好的还原波，用方波极谱法测定铅含量。

9.2.2 试剂

9.2.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL，优级纯)。

9.2.2.2 硫酸(ρ1.84 g/mL，优级纯)。

9.2.2.3 硝酸(1+2)。

9.2.2.4 盐酸(1+1)，以优级纯试剂配制。

9.2.2.5 氯化锶溶液(30 g/L)：称取6 g氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)溶于水中，稀释至200 mL。

9.2.2.6 硫酸(1+100)，以优级纯试剂配制。

9.2.2.7 盐酸(1+5)，以优级纯试剂配制。

9.2.2.8 碳酸钾溶液(100 g/L)。

9.2.2.9 碳酸钾溶液(10 g/L)。

9.2.2.10 盐酸羟胺溶液(10 g/L)，用时现配。

9.2.2.11 铅标准储存溶液：称取0.500 0 g纯铅(纯度不低于99.99%)于200 mL烧杯中，加入20 mL硝酸(9.2.2.3)，加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg铅。

9.2.2.12 铅标准溶液：移取10.00 mL铅标准储存溶液(9.2.2.11)于500 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸(9.2.2.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.01 mg铅。

9.2.3 分析步骤

9.2.3.1 试料

称取1 g试样，精确至0.1 mg。

9.2.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

9.2.3.3 测定

9.2.3.3.1 将试料(9.2.3.1)置于250 mL烧杯中，缓缓加入20 mL盐酸(9.2.2.4)，待反应缓慢后，加热，滴加约1 mL过氧化氢(9.2.2.1)，使试样溶解完全。

对于不含锡的铝-锌-铟系合金牺牲阳极试样，以下按9.2.3.3.1.1操作；对于含锡的铝-锌-铟系合金牺牲阳极试样，以下按9.2.3.3.1.2～9.2.3.3.1.4操作。

9.2.3.3.1.1 低温加热蒸发至近干，稍冷后加入20 mL盐酸(9.2.2.7)溶解盐类，移入50 mL容量瓶中，用盐酸(9.2.2.7)洗杯壁几次，洗液并入容量瓶中。加入5 mL盐酸羟胺溶液(9.2.2.10)，用盐酸(9.2.2.7)稀释至刻度，混匀。

9.2.3.3.1.2 冷却，缓缓加入10 mL硫酸(9.2.2.2)，加热冒硫酸白烟，冷却后沿杯壁缓缓加入约30 mL水，温热溶解盐类，加水至体积约70 mL，加热至沸，在不断搅拌下加入5 mL氯化锶溶液(9.2.2.5)，煮沸2 min，低温加热30 min，冷却至室温。

9.2.3.3.1.3 用致密滤纸过滤沉淀，用少量硫酸(9.2.2.6)洗杯壁及沉淀2次～3次，水洗2次～3次，将沉淀仔细地用水冲入原烧杯中(展开滤纸冲)，充分洗净滤纸，加入25 mL碳酸钾溶液(9.2.2.8)，加热煮沸片刻，冷却，用致密滤纸过滤，用碳酸钾溶液(9.2.2.9)洗杯壁及沉淀数次，用带橡皮头的玻璃棒擦净杯壁上的沉淀，水洗2次～3次，弃去滤液。

9.2.3.3.1.4 用温热的25 mL盐酸(9.2.2.7)分5次溶解沉淀于50 mL容量瓶中，冷却后用盐酸(9.2.2.7)稀释至刻度，混匀。

9.2.3.3.2 取部分试液(9.2.3.3.1.1 或 9.2.3.3.1.4)于极谱电解杯中,通氮气除氧 5 min,以滴汞电极为阴极,沾汞银片电极为阳极,在−0.35 V～−0.65 V 之间,铅的峰电位为−0.46 V,选择适宜的仪器参数,记录铅的方波极谱图。

9.2.3.3.3 从 9.2.3.4 中的工作曲线上查出相应的铅量。

9.2.3.4 **工作曲线的绘制**

称取 1.000 0 g 试样 7 份,分别置于 7 个 250 mL 烧杯中,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铅标准溶液(9.2.2.12),以下按 9.2.3.3.1～9.2.3.3.2 操作,扣除不加铅标准溶液的试液的波高,以铅量为横坐标、波高为纵坐标,绘制工作曲线。

9.2.4 **分析结果计算**

按式(15)计算铅的质量分数 w(Pb),数值以%表示:

$$w(\mathrm{Pb}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(15)$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的铅量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铅量,单位为毫克(mg);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

当铅的质量分数<0.010%时,计算结果表示到小数点后 4 位;当铅的质量分数=0.010%时,计算结果表示到小数点后 3 位。

9.3 **允许差**

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 7 所列允许差。

表 7 允许差

铅质量分数/%	允许差/%
0.001 0～0.003 0	0.000 3
>0.003 0～0.005 0	0.000 5
>0.005 0～0.010	0.001

10 硅量的测定——草酸铵-硫酸亚铁铵硅钼蓝光度法

10.1 **原理**

试料经氢氧化钠、过氧化氢溶解,经硝酸酸化,在微酸性溶液中,硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸,在草酸铵存在下,以硫酸亚铁铵还原成硅钼蓝,于分光光度计 660 nm 波长处测定其吸光度。

10.2 **试剂**

10.2.1 无水碳酸钠(高纯试剂)。

10.2.2 氢氧化钠(固体)。

10.2.3 脲(固体)。

10.2.4 硫酸(ρ1.84 g/mL)。

10.2.5 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

10.2.6 硫酸(1+1)。

10.2.7 硝酸(1+1)。

10.2.8 钼酸铵溶液(50 g/L):称取 5 g 钼酸铵[$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$]溶解于温水中,用致密滤纸过滤,用水稀释至 100 mL,混匀,溶液贮于塑料瓶中。

10.2.9 草酸铵溶液(30 g/L):于 700 mL 水中缓缓加入 250 mL 硫酸(10.2.4),搅匀,加入 30 g 草酸铵,搅拌至草酸铵溶解。冷却至室温,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

10.2.10 硫酸亚铁铵溶液(60 g/L),使用时配制:称取 6 g 硫酸亚铁铵[$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$]溶解于 80 mL 水中,加 6 滴硫酸(10.2.6)至溶液澄清透明,过滤,用水稀释至 100 mL,混匀。

10.2.11 硅标准储存溶液:称取 0.534 9 g 二氧化硅(特级纯),置于已盛有 4 g 无水碳酸钠(10.2.1)的铂坩埚中,上面再覆盖 1 g～2 g 无水碳酸钠(10.2.1),将铂坩埚置于马弗炉中逐渐升温至 950℃熔融至透明,继续加热熔融 3 min,取出冷却,用盛有温水的银质(或塑料)烧杯浸出熔块至完全溶解,用水冲净坩埚,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。溶液贮于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 硅。

10.2.12 硅标准溶液:移取 20.00 mL 硅标准储存溶液(10.2.11)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。溶液贮于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 硅。

10.3 分析步骤

10.3.1 试料

称取 0.5 g 试样,精确至 0.1 mg。

10.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

10.3.3 测定

10.3.3.1 将试料(10.3.1)置于 300 mL 银质(或聚四氟乙烯)烧杯中,加入 4 g 氢氧化钠(10.2.2)及 15 mL 水,待反应缓慢后,加热,加几滴过氧化氢(10.2.5),使试样完全溶解并蒸发至近糊状,使硅化物等氧化完全。冷却,用少量水冲洗杯壁,加热溶解烧杯底部和壁上的固体物,用水稀释至 30 mL～40 mL,稍冷,小心倾入已盛有 34 mL 热硝酸(10.2.7)的 300 mL 锥形瓶中,用温水冲洗银烧杯 2～3 次,滴加 1～2 滴硫酸(10.2.6)及少量水洗涤,洗液合并于锥形瓶中,加少许脲(10.2.3)使氮的氧化物分解。加热至刚沸腾取下,用流水冷却后,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

10.3.3.2 移取 10.00 mL 试液(10.3.3.1)于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 钼酸铵溶液(10.2.8),在沸水中加热 30 s 后流水冷却(或室温中放置 30 min),加入 10 mL 草酸铵溶液(10.2.9),混匀,随即加 5 mL硫酸亚铁铵溶液(10.2.10),用水稀释至刻度,混匀,放置 5 min。

10.3.3.3 移取 10.00 mL 试液(10.3.3.1)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 草酸铵溶液(10.2.9)、5 mL 钼酸铵溶液(10.2.8)及 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(10.2.10),用水稀释至刻度,混匀。

10.3.3.4 取部分溶液(10.3.3.2)于 2 cm 比色皿中,以溶液(10.3.3.3)为参比液,于分光光度计波长 660 nm 处测量吸光度。从 10.3.3 中的工作曲线上查出相应的硅量。

10.3.4 工作曲线的绘制

称取 0.5 g 纯铝(纯度不低于 99.99%)6 份,分别置于 6 个 300 mL 银质(或聚四氟乙烯)烧杯中,依次加入 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00、8.00、10.00 mL 硅标准溶液(10.2.12),以下按 10.3.3.1～10.3.3.2 操作。用 2 cm 比色皿,以不加硅标准溶液的试液为参比液,于分光光度计波长 660 nm 处测量各溶液的吸光度。以硅量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

10.4 分析结果计算

按式(16)计算硅的质量分数 w(Si),数值以%表示:

$$w(\mathrm{Si}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(16)$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的硅量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的硅量,单位为毫克(mg);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 3 位。

10.5 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 8 所列允许差。

表 8 允许差

硅质量分数/%	允许差/%
0.020～0.050	0.005
>0.050～0.100	0.007
>0.100～0.200	0.015

11 铁量的测定

11.1 方法一 邻二氮杂菲分光光度法

11.1.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，用盐酸羟胺还原铁并掩蔽锌等元素，在 pH3.5～pH5 的缓冲溶液中，二价铁离子与邻二氮杂菲显色，于分光光度计 510 nm 波长处测定其吸光度。

11.1.2 试剂

11.1.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

11.1.2.2 冰乙酸(ρ1.05 g/mL)。

11.1.2.3 无水乙醇。

11.1.2.4 盐酸(1+1)。

11.1.2.5 硝酸(1+1)。

11.1.2.6 盐酸羟胺溶液(100 g/L)，使用时配制。

11.1.2.7 缓冲溶液(pH4.6)：称取 272 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于 500 mL 水中，加入 240 mL冰乙酸(11.1.2.2)，过滤于 1 000 mL 容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

11.1.2.8 邻二氮杂菲溶液(2.5 g/L)：称取 1.25 g 邻二氮杂菲($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于 10 mL 无水乙醇(11.1.2.3)中，用水稀释至 500 mL，混匀。

11.1.2.9 铁标准储存溶液：称取 0.100 0 g 纯铁(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸(11.1.2.5)溶解，加热驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铁。

11.1.2.10 铁标准溶液：移取 20.00 mL 铁标准储存溶液(11.1.2.9)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 铁。

11.1.3 分析步骤

11.1.3.1 试料

称取 1 g 试样，精确至 0.1 mg。

11.1.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

11.1.3.3 测定

11.1.3.3.1 将试料(11.1.3.1)置于 250 mL 锥形瓶中，加入 20 mL 盐酸(11.1.2.4)，待反应缓慢时，滴加约 1 mL 过氧化氢(11.1.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

11.1.3.3.2 移取 5.00 mL 试液(11.1.3.3.1)两份，分别置于 50 mL 容量瓶中，加水至约 20 mL，一份作为显色液，一份作为底液空白，分别操作如下：

11.1.3.3.2.1 显色液：加入 2 mL 盐酸羟胺溶液(11.1.2.6)、5 mL 缓冲溶液(11.1.2.7)及 10 mL 邻二氮杂菲溶液(11.1.2.8)，用水稀释至刻度，混匀，放置 5 min。

11.1.3.3.2.2 底液空白：加入 2 mL 盐酸羟胺溶液(11.1.2.6)、5 mL 缓冲溶液(11.1.2.7)，用水稀释至刻度，混匀，放置 5 min。

11.1.3.3.3 取部分溶液(11.1.3.3.2.1)于 1 cm 比色皿中,以底液空白液(11.1.3.3.2.2)为参比液,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。从 11.1.3.4 中的工作曲线上查出相应的铁量。

11.1.3.4 **工作曲线的绘制**

于 7 个 50 mL 容量瓶中,依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL铁标准溶液(11.1.2.10),用水稀释至约 20 mL,以下按 11.1.3.3.2.1 操作。用 1 cm 比色皿,以不加铁标准溶液的试液为参比液,于分光光度计波长 510 nm 处测量各溶液的吸光度。以铁量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

11.1.4 **分析结果计算**

按式(17)计算铁的质量分数 $w(\mathrm{Fe})$,数值以%表示:

$$w(\mathrm{Fe}) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(17)$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得的铁量,单位为毫克(mg);

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铁量,单位为毫克(mg);

V_1——移取试液的体积,单位为毫升(mL);

V_0——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 3 位。

11.2 **方法二 火焰原子吸收光谱法**

11.2.1 **原理**

试料用盐酸和过氧化氢溶解,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰进行铁量测定。

11.2.2 **试剂**

11.2.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

11.2.2.2 硝酸(1+1)。

11.2.2.3 盐酸(1+1)。

11.2.2.4 铁标准溶液:称取 0.100 0 g 纯铁(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(11.2.2.2)溶解,加热驱除氮的氧化物,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铁。

11.2.3 **仪器**

11.2.3.1 原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。

11.2.3.2 仪器的检出限:火焰法测定铜的检出限应不大于 0.02 μg/mL。

仪器的精密度:火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

11.2.3.3 工作曲线特性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

11.2.4 **分析步骤**

11.2.4.1 **试料**

称取 1 g 试样,精确至 0.1 mg。

11.2.4.2 **空白试验**

随同试料做空白试验。

11.2.4.3 **测定**

11.2.4.3.1 将试料(11.2.4.1)置于 300 mL 锥形瓶中,缓缓加入 20 mL 盐酸(11.2.2.3),待反应缓慢

后，滴加约 1 mL 过氧化氢(11.2.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

11.2.4.3.2 将试液(11.2.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调节零点，测量试液的吸光度。

11.2.4.3.3 从 11.2.4.4 中的工作曲线上查出相应的铁量。

11.2.4.4 工作曲线的绘制

称取 1 g 铝合金标样(不含铁)6 份，分别置于 6 个 300 mL 锥形瓶中，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 铁标准溶液(11.2.2.4)，以下按 11.2.4.3.1～11.2.4.3.2 操作。扣除不加铁标准溶液的试液的吸光度，以铁量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

11.2.5 分析结果计算

按式(18)计算铁的质量分数 $w(\mathrm{Fe})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Fe}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(18)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的铁量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铁量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 3 位。

11.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 9 所列允许差。

表 9 允许差

铁质量分数/%	允许差/%
0.020～0.050	0.002
>0.050～0.100	0.008
>0.100～0.200	0.015

12 铜量的测定

12.1 方法一 火焰原子吸收光谱法

12.1.1 原理

试料用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收光谱仪波长 324.8 nm 处，用空气-乙炔贫燃性火焰进行铜量测定。

12.1.2 试剂

12.1.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

12.1.2.2 盐酸(1+1)。

12.1.2.3 硝酸(1+1)。

12.1.2.4 铜标准溶液：称取 0.100 0 g 纯铜(纯度不低于 99.99%)于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(12.1.2.3)加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

12.1.3 仪器

12.1.3.1 原子吸收光谱仪，附铜空心阴极灯。仪器的工作条件参见仪器说明书。

12.1.3.2 仪器的检出限：火焰法测定铜的检出限应不大于 0.02 μg/mL。

仪器的精密度：火焰法测定铜的精密度应不大于 1.5%。

12.1.3.3 工作曲线特性：将工作曲线按浓度等分成5段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

12.1.4 **分析步骤**

12.1.4.1 **试料**

称取5 g试样，精确至0.1 mg。

12.1.4.2 **空白试验**

随同试料做空白试验。

12.1.4.3 **测定**

12.1.4.3.1 将试料(12.1.4.1)置于300 mL锥形瓶中，分数次加入70 mL盐酸(12.1.2.2)，待剧烈作用停止后，滴加约5 mL过氧化氢(12.1.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

12.1.4.3.2 将试液(12.1.4.3.1)于原子吸收光谱仪波长324.8 nm处，用空气-乙炔贫燃性火焰，以水调节零点，测量试液的吸光度。

12.1.4.3.3 从12.1.4.4中的工作曲线上查出相应的铜量。

12.1.4.4 **工作曲线的绘制**

称取5.000 0 g试样7份，分别置于7个300 mL锥形瓶中，依次加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL铜标准溶液(12.1.2.4)，以下按12.1.4.3.1～12.1.4.3.2操作。扣除不加铜标准溶液的试液的吸光度，以铜量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

12.1.5 **分析结果计算**

按式(19)计算铜的质量分数$w(Cu)$，数值以%表示：

$$w(Cu)=\frac{m_1-m_2}{m_0\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(19)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的铜量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铜量，单位为毫克(mg)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

当铜含量<0.010%时，小数点后4位，当铜含量≥0.010%时，计算结果表示到小数点后3位。

12.2 **方法二 二乙基二硫代氨基甲酸钠-三氯甲烷萃取分光光度法**

12.2.1 **原理**

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，用柠檬酸铵络合铝、锌、铁等金属离子。在pH9～pH10的氨性介质中，铜(Ⅱ)与二乙基二硫代氨基甲酸钠(以下简称DDTC)生成黄色螯合物。用三氯甲烷萃取，于分光光度计435 nm波长处测定其吸光度。

12.2.2 **试剂**

12.2.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)。

12.2.2.2 氨水(ρ0.90 g/mL)。

12.2.2.3 三氯甲烷。

12.2.2.4 盐酸(1+1)。

12.2.2.5 硝酸(1+1)。

12.2.2.6 柠檬酸铵溶液(500 g/L)。

12.2.2.7 氨水(1+1)。

12.2.2.8 DDTC溶液(2 g/L)：称取0.2 g DDTC[$(C_2H_5)_2NCS_2Na\cdot 3H_2O$]溶于60 mL水中，过滤，用水稀释至100 mL，混匀。

12.2.2.9 铜标准储存溶液：称取0.100 0 g纯铜(纯度不低于99.99%)于200 mL烧杯中，加入10 mL

硝酸(12.2.2.5)加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

12.2.2.10 铜标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准储存溶液(12.2.2.9)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.002 mg 铜，用时配置。

12.2.2.11 甲酚红乙醇溶液(1 g/L)。

12.2.3 分析步骤

12.2.3.1 试料

称取 1 g 试样，精确至 0.1 mg。

12.2.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

12.2.3.3 测定

12.2.3.3.1 将试料(12.2.3.1)置于 250 mL 锥形瓶中，缓缓加入 20 mL 盐酸(12.2.2.4)，待反应缓慢时，加热并滴加约 1 mL 过氧化氢(12.2.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

12.2.3.3.2 移取 10.00 mL 试液(12.2.3.3.1)于 125 mL 分液漏斗中，用水稀释至约 20 mL。

12.2.3.3.3 加入 10 mL 溶液柠檬酸铵溶液(12.2.2.6)、1 滴～2 滴甲酚红乙醇溶液(12.2.2.11)，用氨水(12.2.2.7)调至红色出现，再过量 2 mL 氨水(12.2.2.2)，加入 2.0 mL DDTC 溶液(12.2.2.8)，摇匀后，加入 15 mL 三氯甲烷(12.2.2.3)，振摇 2 min，静置分层后，将有机相干过滤于 25 mL 容量瓶中，再向分液漏斗中加入 5 mL 三氯甲烷(12.2.2.3)，振摇 1 min，静置分层后，将有机相合并于 25 mL 容量瓶中，用三氯甲烷(12.2.2.3)稀释至刻度，混匀。

12.2.3.3.4 取部分溶液(12.2.3.3.1)于 3 cm 或 5 cm 干燥的比色皿中，以三氯甲烷(12.2.2.3)为参比液，于分光光度计波长 435 nm 处测量其吸光度。从 12.2.3.4 中的工作曲线上查出相应的铜量。

12.2.3.4 工作曲线的绘制

于 8 个 125 mL 分液漏斗中，依次加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液(3.10.2.2.10)，用水稀释至 20 mL，以下按 3.10.2.4.4.3 操作。用 3 cm或 5 cm 比色皿，以不加铜标准溶液的试液为参比液，于分光光度计波长 435 nm 处测量各溶液的吸光度。以铜量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

12.2.3.5 分析结果计算

按式(20)计算铜的质量分数 $w(\mathrm{Cu})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Cu}) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times \dfrac{V_1}{V_0} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(20)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的铜量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的铜量，单位为毫克(mg)；

V_1——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

当铜的质量分数<0.010%时，计算结果表示到小数点后 4 位，当铜的质量分数≥0.010%时，计算结果表示到小数点后 3 位。

12.3 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 10 所列允许差。

表 10 允许差

铜质量分数/%	允许差/%
0.001 0～0.003 0	0.000 2
>0.003 0～0.005 0	0.000 5
>0.005～0.010	0.001
>0.010～0.020	0.002

13 钛量的测定——二安替吡啉甲烷分光光度法

13.1 原理

试料经盐酸和过氧化氢溶解后，在硫酸铜存在下，用抗坏血酸还原三价铁等干扰离子。在硫酸介质中，钛离子与二安替吡啉甲烷溶液显色，于分光光度计 400 nm 波长处测定其吸光度。

13.2 试剂

13.2.1 过氧化氢(ρ1.11 g/mL)

13.2.2 盐酸(1+1)。

13.2.3 硝酸(1+1)。

13.2.4 硫酸(1+1)。

13.2.5 硫酸铜溶液(50 g/L)。

13.2.6 抗坏血酸溶液(50 g/L)，使用时配制。

13.2.7 铝溶液(20 g/L)：称取 20 g 纯铝(纯度不低于 99.99%)置于 2 000 mL 烧杯中，盖上表皿。分次加入总量为 600 mL 的盐酸(13.2.2)，加入 1 滴汞助溶。缓慢加热至铝完全溶解，取下，冷却。移入1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

13.2.8 二安替吡啉甲烷溶液(50 g/L 的 1 mol/L 盐酸溶液)。

13.2.9 钛标准储存溶液：称取 0.100 0 g 纯钛(纯度不低于 99.99%)于 300 mL 烧杯中，加入 50 mL 硫酸(13.2.4)和 10 mL 盐酸(13.2.2)，加热溶解后再加入 1 mL 硝酸(13.2.3)，加热蒸发至刚冒硫酸白烟，取下，冷却，小心加入约 10 mL 水，溶解盐类，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 钛。

13.2.10 钛标准溶液：移取 20.00 mL 钛标准储存溶液(13.2.9)于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 钛。

13.3 分析步骤

13.3.1 试料

称取 1 g 试样，精确至 0.1 mg。

13.3.2 空白试验

随同试料做空白试验。

13.3.3 测定

13.3.3.1 将试料(13.3.1)置于 250 mL 锥形瓶中，加入约 30 mL 水，分次加入 30 mL 盐酸(13.2.2)，滴加约 3 mL 过氧化氢(13.2.1)，加热溶解完全后，煮沸使过量的过氧化氢分解。冷却至室温，移入 100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

13.3.3.2 移取 20.00 mL 试液(13.3.3.1)两份，分别置于 100 mL 容量瓶中，补加 15.0 mL 铝溶液(13.2.7)，一份作为显色液，一份作为底液空白，分别操作如下：

13.3.3.2.1 显色液：加入 25 mL 硫酸(13.2.4)，加水至 60 mL～70 mL，加入 2 滴硫酸铜溶液(13.2.5)，2 mL抗坏血酸溶液(13.2.6)，混匀，加入 10.0 mL 二安替吡啉甲烷溶液(13.2.8)，用水稀释至刻度，混匀，放置 30 min。

13.3.3.2.2 底液空白：加入 25 mL 硫酸(13.2.4)，加水至 60 mL～70 mL，加入 2 滴硫酸铜溶液(13.2.5)，2 mL 抗坏血酸溶液(13.2.6)，用水稀释至刻度，混匀，放置 30 min。

13.3.3.3 取部分溶液(13.3.3.2.1)于 1 cm 比色皿中，以底液空白液(13.3.3.2.2)为参比液，于分光光度计波长 400 nm 处测量吸光度。从 13.3.4 中的工作曲线上查出相应的钛量。

13.3.4 工作曲线的绘制

于 7 个 100 mL 容量瓶中，依次加入 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 钛标准溶液(13.2.10)，各加入 25.0 mL 铝溶液(13.2.7)，以下按 13.3.3.2.1 操作。用 1 cm 比色皿，以不加钛标准溶液的试液为参比液，于分光光度计波长 400 nm 处测量各溶液的吸光度。以钛量为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

13.4 分析结果计算

按式(21)计算钛的质量分数 $w(\mathrm{Ti})$，数值以%表示：

$$w(\mathrm{Ti}) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times \frac{V_1}{V_0} \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(21)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的钛量，单位为毫克(mg)；

m_2——从工作曲线上查得的空白试验中的钛量，单位为毫克(mg)；

V_1——移取试液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0——试料的质量，单位为克(g)。

当钛的质量分数≤0.030%时，计算结果表示到小数点后 4 位，当钛的质量分数>0.030%时，计算结果表示到小数点后 3 位。

13.5 允许差

实验室之间分析结果的差值和两次平行测定结果的差值应不大于表 11 所列允许差。

表 11 允许差

钛质量分数/%	允许差/%
0.005 0～0.010 0	0.001 0
>0.010 0～0.030 0	0.002 5
>0.030～0.100	0.010

14 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

a) 鉴别试样、实验室的分析日期等资料；

b) 使用的标准和方法(方法一、方法二或方法三)；

c) 分析结果及其表示；

d) 测定中观察到的异常现象；

e) 对分析结果可能有影响而标准未包括的操作。

中华人民共和国
国家标准
铝-锌-铟系合金牺牲阳极
化学分析方法
GB/T 4949—2007
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 2 字数 54 千字
2007年6月第一版 2007年6月第一次印刷
*
书号:155066·1-29449 定价 24.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

GB/T 4949-2007